

27. Bestimmung des Chlorgehalts im Restgas  
von der Chemischen Fabrik Holten.

Bei der Herstellung des Äthylenoxyds aus Äthylen entstehen als Nebenprodukte in geringer Menge chlorierte Kohlenwasserstoffe (z.B. Äthylenchlorid u.a.), die bei der Produktion ins Restgas gelangen können. Zu ihrem Nachweis verbrennt man das Restgas mit überschüssigem Sauerstoff und titriert die entstandene Salzsäure nach Volhard mit n/10-Silbernitratlösung.

Die Apparatur ist dieselbe, wie sie zur Bestimmung des organisch gebundenen Schwefels im Koksgas benutzt wird. (s.d.) Die Waschflaschen werden mit je 150 ccm 10 %iger Sodalösung beschickt. Über die Ausführung vgl. das a.a.O. Gesagte. Strömungsgeschwindigkeit etwa 50 Ltr./Std. Bei einer durchschnittlichen Zusammensetzung des Restgases von

C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	=	0,5 %	d.h. O <sub>2</sub> -Bedarf	2,25
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	=	5,0 %		15,0
O <sub>2</sub>	=	0,7 %		0
CO	=	4,0 %		2,0
H <sub>2</sub>	=	8,0 %		4,0
CH <sub>4</sub>	=	72,3 %		144,6
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	=	3,0 %		10,5
N <sub>2</sub>	=	6,5 %		0
100,0 %				178,35

beträgt der Sauerstoffbedarf etwa das 1,8 fache des Restgases, also 140-180 Liter Sauerstoff für 50 Liter Restgas, da die Sauerstoffzugabe etwa 1/2-2 mal größer als die theoretisch berechnete Menge sein soll.

Nach beendetem Versuch wird der Inhalt der <sup>Wasch-</sup>flaschen in einen Erlenmeyerkolben gespült, mit konz. Salpetersäure vorsichtig (CO<sub>2</sub>-Entwicklung) angesäuert und mit einem gemessenen Überschuß an n/10-Silbernitratlösung versetzt. Nach Zugabe von salpetersaurer Ferriammonalaunlösung als Indikator titriert man den Überschuss an Silbernitrat mit n/10 Rhodan-ammoniumlösung bis zur bleibenden Rotfärbung zurück.

Enthält das Restgas viel Halogenverbindungen, was sich durch den Geruch leicht bemerkbar macht, so verdünnt man den

207  
212

Inhalt der Waschflaschen auf ein bestimmtes Volumen und bestimmt die gebildete Salzsäure in einem aliquoten Teil der Auffüllung.

Berechnung. 1 ccm n/10 AgNO<sub>3</sub> = 0,0035457 g Chlor.

$$\text{Cl} = \frac{\text{verbr. ccm n/10 AgNO}_3 \cdot 0,0035457 \cdot 1000 \cdot 100}{\text{angew. Ltr. Gas}} \text{ g/100 m}^3$$

$$\text{oder Cl} = \frac{\text{verbr. ccm n/10 AgNO}_3 \cdot 354,57}{\text{angew. Ltr. Gas}} \text{ g/100 m}^3.$$

Beispiel. Einstellung des Strömungsmessers auf 45 Liter/Std.

Dauer des Versuchs: 1 Std. 30 Min. = 90'.

$$\text{Angewandte Gasmenge} = \frac{45 \cdot 90}{60} \text{ Liter}$$

Zugesetzt: 10,00 ccm n/10 AgNO<sub>3</sub>

Zurücktitriert: 8,05 " n/10-(NH<sub>4</sub>)SCN

$$\text{Verbrauch: } 1,95 \cdot \frac{\text{n/10 AgNO}_3}{45 \cdot 90}$$
$$\text{Cl} = \frac{1,95 \cdot 354,57 \cdot 60}{45 \cdot 90} = 10,24$$

$$\text{Cl} = 10,2 \text{ g/100 m}^3$$

Anmerkung. Zur Demonstration der Wirkungsweise der Waschflaschen wurden beide Flaschen mit n/10 Silbernitratlösung (mit HNO<sub>3</sub> angesäuert) gefüllt, worauf 15 Min. lang Rostgas verbrannt wurde, dem zieml. viel Chloroform zugesetzt wurde.

~~1. Waschflasche: starke Abscheidung von AgCl. (Ström. Geschw. 56 L./h)~~

2. Waschflasche ganz schwache Trübung.

Verbrauch.

1. Waschflasche: 32,40 ccm n/10 AgNO<sub>3</sub>

2. " : 0,40 ccm n/10 AgNO<sub>3</sub>

$$\text{Gesamt Chlorgehalt: } \frac{32,80 \cdot 354,57 \cdot 60}{56 \cdot 15} = 830,7 \text{ g/100 m}^3$$

$$\text{d.h. 1. Waschflasche} = 820,6 \text{ g/100 m}^3 = 98,8 \%$$

$$\text{2. Waschflasche} = 10,1 \text{ " } = 1,2 \%$$
$$830,7 \text{ g/100 m}^3$$

H.